

SOLIDIFYING OR GELATINIZING AGENT FOR ORGANIC MEDIUM**Publication number:** JP7138555**Publication date:** 1995-05-30**Inventor:** GOTO HIROYUKI; HIGAKI YUZO**Applicant:** NISSHIN FINE CHEM KK**Classification:**

- international: *A61K8/30; A61K8/31; A61K8/42; A61K8/97;
A61Q1/00; A61Q1/04; A61Q1/06; B01J19/06;
C07C233/05; C09G1/08; C09K3/00; C10L7/00;
C11B15/00; C07C233/05; C10L7/00; C11B15/00;
A61K8/30; A61K8/96; A61Q1/00; A61Q1/02;
B01J19/06; C07C233/00; C09G1/00; C09K3/00;
C10L7/00; C11B15/00; C07C233/00; C10L7/00;
C11B15/00; (IPC1-7): C07C233/05; C10L7/00;
C11B15/00; C09K3/00; A61K7/00; B01J19/06;
C09G1/08*

- European:**Application number:** JP19930308673 19931115**Priority number(s):** JP19930308673 19931115**Report a data error here****Abstract of JP7138555**

PURPOSE:To obtain the title agent which solidifies or gelatinizes an org. medium such as an animal, vegetable, or mineral oil to give a lubricant for waxes and cosmetics by using a specific bisamide deriv. as the effective component. **CONSTITUTION:**A bisamide deriv. of the formula (wherein R is a 16-20C branched satd. aliph. hydrocarbon group; and n is 2-12) is produced by reacting a 2-12C linear satd. aliph. diamine (e.g. 1,2-diaminoethane or 1,6-diaminohexane) with a 16-20C branched satd. fatty acid (e.g. 2-ethyltetradecanoic acid or 2,2- dimethyltetradecanoic acid). The deriv. in an amt. of 5-20% is added to an org. medium (e.g. an animal, vegetable, or mineral oil, an ester, or an ether) and heated under stirring to solidify or gelatinize the medium, giving a lubricant. The lubricant is compounded with necessary ingredients to give a car wax, a floor wax, a cleaner, and cosmetics excellent in durability, smoothness, transparency, and stain resistance.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-138555

(43) 公開日 平成 7 年 (1995) 5 月 30 日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 K 3/00	1 0 3 M			
A 6 1 K 7/00	C			
B 0 1 J 19/06		8822-4G		
C 0 9 G 1/08				
// C 0 7 C 233/05		7106-4H		

審査請求 未請求 請求項の数 4 F D (全 7 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平5-308673

(22) 出願日 平成 5 年 (1993) 11 月 15 日

(71) 出願人 390033260

日清ファインケミカル株式会社
東京都中央区新川 1 丁目 23 番 1 号

(72) 発明者 後藤 浩之

神奈川県横浜市神奈川区中丸 1 - 105

(72) 発明者 檜垣 勇三

東京都町田市高ヶ坂 1143 - 3

(54) 【発明の名称】 有機媒体の固化剤またはゲル化剤

(57) 【要約】

【構成】 一般式 $RCONH(CH_2)_nHNOCR$
(ただし R : 炭素数 16 以上 20 以下の側鎖状飽和脂肪酸残基、n : 2 ~ 12 の整数) で表されるビスアミド誘導体を有効成分として含有してなる有機媒体の固化剤またはゲル化剤、ならびにこれを含む滑剤。

【効果】 本発明のビスアミド誘導体は動植物油、エステル誘導体、エーテル誘導体、鉱物油、炭化水素類等の有機媒体に対して良好なゲル化能、固化能を示す。また、本発明のビスアミド誘導体を含有してなる各種有機媒体の固化剤、ゲル化剤、または滑剤は、耐久性、耐候性、平滑性、透明性および防汚性に優れている。そのため、これを用いてカーワックス、フロアー・家具用ワックス、皮革用クリーナー、化粧品、廃油処理剤等として優れた性能を示す製品が得られる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記的一般式

【化1】 $RCONH(CH_2)_nHNOCR$

(ただしR:炭素数16以上20以下の側鎖状飽和脂肪酸残基、n:2~12の整数)で表されるビスアミド誘導体を有効成分として含有してなる有機媒体の固化剤またはゲル化剤。

【請求項2】 有機媒体が動植物油、エステル誘導体、エーテル誘導体、鉱物油、炭化水素類から選ばれるものである請求項1に記載の固化剤またはゲル化剤。

【請求項3】 少なくとも請求項1に記載の固化剤またはゲル化剤と有機媒体とを含有してなる滑剤。

【請求項4】 請求項1に記載の固化剤もしくはゲル化剤、または請求項3に記載の滑剤を配合してなるカーワックス、フローア・家具用ワックス、皮革用クリーナーまたは化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、有機媒体の固化剤またはゲル化剤(以下「固化剤等」という)、および有機媒体と固化剤等を含む滑剤に係わり、またはこれらを配合してなるカーワックス、フローア・家具用ワックス、皮革用クリーナー、化粧料等に関する。

【0002】

【従来の技術】動植物油、鉱物油、炭化水素等の有機媒体をゲル化するには、金属石けんと少量の水を加える方法、ポリオールとベンズアルデヒドとの縮合物を用いる方法、O/W型界面活性剤と少量の水でゲルを得る方法等が知られている。また、前記有機媒体を固形化するには、ワックス類例えばカルナバワックス、キャンデリラワックス、シュガーワックス、ライスワックス、木ロウ、ベイバリーワックス、オーキュリーワックス、エスバルトワックス等の植物系ワックス、みつろう、昆虫ロウ、鯨ロウ、セラックロウ、ラノリンワックス等の動物系ワックス、パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス等の石油系ワックス、モンタンワックス、オゾケライトワックス、セレシン等の鉱物系ワックス、ヘキストワックス、ポリエチレンワックス、カルボワックス、カスターワックス、フィッシュアトロブッシュワックス、ケゾールワックス等の合成ワックスが用いられている。さらに前記動植物系ワックスを加水分解して得られる高級脂肪酸および高級脂肪酸アルコール、それらの合成エステルも利用されている。

【0003】ところで、食用油、機械油等をゲル化する需要は大きい、被ゲル化物の種類によっては全くゲル化できなかったり、あるいはゲル化能力の面で未だ満足なものを得られていない。また、従来、固化剤として一般に知られている天然ワックスは天産品であるため品質にバラツキがあり、かつ安定供給の面でも問題がある。さらに、合成および天然ワックスは、これを用いた固形

化物の特性としてある程度の光沢性を有するものの、優れた耐久性、耐侯性、平滑性および防汚性を兼ね備えるという面では十分ではない。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、前記有機媒体に対して良好なゲル化能、固化能をもつ固化剤等を提供することにある。本発明の別の目的は、かかる固化剤等を含有してなる滑剤、ならびにこれを配合してなる耐久性、耐侯性、平滑性、透明性および防汚性に優れたカーワックス、フローア・家具用ワックス、皮革用クリーナー、化粧料等を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は、炭素数2以上12以下の直鎖状飽和脂肪酸ジアミンと炭素数16以上20以下の側鎖状飽和脂肪酸とから合成されるビスアミド誘導体を有効成分として含有してなる固化剤等である。また、かかる固化剤等と有機媒体とを含有してなる滑剤、ならびにこれらを配合してなるカーワックス、フローア・家具用ワックス、皮革用クリーナーまたは化粧料等である。

【0006】本発明のビスアミド誘導体を製造するための直鎖状飽和脂肪酸ジアミンとしては、1,2-ジアミノエタン、1,3-ジアミノプロパン、1,4-ジアミノブタン、1,5-ジアミノペンタン、1,6-ジアミノヘキサン、1,7-ジアミノヘプタン、1,8-ジアミノオクタン、1,9-ジアミノノナン、1,10-ジアミノデカン、1,11-ジアミノウンデカン、1,12-ジアミノドデカンを例示することができる。

【0007】ここで、炭素数を2以上かつ12以下と限定したのは、炭素数が12を超える直鎖状飽和脂肪酸ジアミンを用いると、ビスアミド誘導体の融点が高すぎ、作業性の面で問題を生じるとともに各種有機媒体への溶解度が低下することによる。工業的に人ししやすいものとして1,2-ジアミノエタン、1,6-ジアミノヘキサンをあげることができる。

【0008】脂肪酸としては、パラフィン酸化法、オキソ法、コッホ法、ゲルベ法、アルカリ溶融法等で得られる合成脂肪酸のうち、炭素数16以上かつ20以下の側鎖状飽和脂肪酸が使用できる。このうちモノアルキル側鎖を有する飽和脂肪酸としては、例えば14-メチルペンタデカン酸、2-エチルテトラデカン酸、15-メチルヘキサデカン酸、2-エチルヘキサデカン酸、14-エチルヘキサデカン酸、14-メチルヘプタデカン酸、15-メチルヘプタデカン酸、16-メチルヘプタデカン酸、2-ブチルテトラデカン酸、2-メチルオクタデカン酸、3-メチルオクタデカン酸、4-メチルオクタデカン酸、5-メチルオクタデカン酸、6-メチルオクタデカン酸、7-メチルオクタデカン酸、8-メチルオクタデカン酸、9-メチルオクタデカン酸、10-メチルオクタデカン酸、11-メチルオクタデカン酸、12

ーメチルオクタデカン酸、13-メチルオクタデカン酸、14-メチルオクタデカン酸、15-メチルオクタデカン酸、16-メチルオクタデカン酸、17-メチルオクタデカン酸、15-エチルペンタデカン酸、3-メチルノナデカン酸、2-エチルオクタデカン酸等が使用できる。

【0009】また、多アルキル側鎖を有する飽和脂肪酸としては、2, 2-ジメチルテトラデカン酸、3, 3-ジメチルテトラデカン酸、4, 4-ジメチルテトラデカン酸、2-ブチル-2-ペンチルヘプタン酸、2, 3-ジメチルテトラデカン酸、4, 8, 12-トリメチルトリデカン酸、14, 14-ジメチルペンタデカン酸、3-メチル-2-ヘプチルノナン酸、2, 2-ジペンチルヘプタン酸、2, 2-ジメチルヘキサデカン酸、2-オクタチル-3-メチルノナン酸、2, 3-ジメチルヘプタデカン酸、2, 2-ジメチルオクタデカン酸、2, 3-ジメチルオクタデカン酸、2, 4-ジメチルオクタデカン酸、3, 3-ジメチルオクタデカン酸、2-ブチル-2-ヘプチルノナン酸等をあげることができる。

【0010】ここで、炭素数が16以上かつ20以下の側鎖状飽和脂肪酸としたのは、直鎖状飽和脂肪酸や炭素数20を超える側鎖状飽和脂肪酸を用いると、ビスアミド誘導体の融点が高くなりすぎ、作業性の上で問題を生じるとともに、各種有機媒体への溶解度ならびにゲル化物等の透明性が低下することによる。また、不飽和脂肪酸や炭素数が16未満の側鎖状飽和脂肪酸を用いたビスアミド誘導体では、これを配合してなる固化剤等の耐久性、耐候性、平滑性および防汚性が劣る。

【0011】本発明のビスアミド誘導体は、前記直鎖状飽和脂肪酸族ジアミンおよび側鎖状飽和脂肪酸を原料とし、無触媒または触媒の存在下、通常のアミド化反応により合成でき、その方法や条件は特に限定されない。また、反応物中に未反応の原料が残存する場合には蒸留、溶剤分別等の公知手段で除去しておくことが望ましいが、若干量のモノアミド誘導体は混在してもさしつかえない。

【0012】本発明では、かくして得られるビスアミド誘導体を各種有機媒体の固化剤またはゲル化剤とすることができ、またかかるビスアミド誘導体を前記各種有機媒体と混合した滑剤とすることができる。ここに有

機媒体としては大豆油、菜種油、アマニ油、魚油等の動植物油類、ミリスチン酸イソプロピル、アジピン酸ジイソオクチル、グリセリン2-エチルヘキサノ酸トリエステル、酢酸エチル等のエステル誘導体、セロソルブ、ブチルセロソルブ等のエーテル誘導体、流動パラフィン、イソパラフィン等の鉱物油類、ペンタン、ヘキサン、イソオクタン、ミネラルスピリット等の炭化水素類を使用することができる。またアセトン、トルエン、エタノール、イソオクタノール等を用いることもできる。かかる有機媒体に本発明のビスアミド誘導体を1~50重量%、好ましくは5~20重量%添加し、要すれば60~120℃程度に加熱して均一状態になるまで攪拌し、常温にて静置すれば、前記有機媒体の固化物またはゲル化物を得ることができる。この際、本発明のビスアミド誘導体は単独でも使用できるが、固化物やゲル化物の利用目的に応じて従来のゲル化剤、天然ワックスまたは合成ワックス等の固化剤と併用してもよい。本発明の固化剤等または前記滑剤は、従来のカーワックス、フロアー・家具用ワックス、皮革用クリーナー、化粧料あるいは廃油処理剤等において使用されるゲル化剤、ワックス類、滑剤の一部もしくは全部を置き換えて配合できる。その配合量は3~30重量%、好ましくは5~20重量%である。

【0013】

【実施例】以下の実施例において、%および部はいずれも重量基準である。

合成例1

攪拌機、温度計、窒素ガス吹込管および水分離器を備えた4ツ口フラスコに、1, 6-ジアミノヘキサン116g (1モル当量)、14-メチルヘプタデカン酸568g (2モル当量)を仕込み、160~240℃にて計算量の水が留出するまで反応を行った。その所要時間は7時間であり、反応物の酸価は5.3であった。反応終了後、減圧にてキシレンを留去後、活性白土を用いて脱色、濾過して微黄色固体(第1表の試料記号A)を得た。収量583g、酸価5.3、融点(℃)89~97であった。以下、同様の方法で、第1表に示す本発明のビスアミド誘導体(試料記号B~J)を製造した。

【0014】

【表1】

第1表 ビスアמיד誘導体の種類と性状

合成ビスアמיד誘導体の種類					合成ビスアמיד 誘導体の一般性状	
試料 記号	直鎖状飽和 脂肪族アミン	モル 当量	側鎖状飽和 脂肪酸	モル 当量	酸 価	融 点 (℃)
A	1,6-ジアミノ ヘキサン	1	14-メチル ヘプタデカン酸	2	5.3	89~97
B	1,2-ジアミノ エタン	1	9-メチル オクタデカン酸	2	4.1	75~83
C	1,12-ジアミ ノドデカン	1	15-メチル ヘキサデカン酸	2	3.2	102~106
D	1,6-ジアミノ ヘキサン	1	2-エチル オクタデカン酸	2	1.8	108~113
E	1,9-ジアミノ ノナン	1	16-メチル ヘプタデカン酸	2	1.1	92~98
F	1,2-ジアミノ エタン	1	2-エチル テトラデカン酸	2	1.7	70~76
G	1,2-ジアミノ エタン	1	3,3-ジメチル テトラデカン酸	2	2.1	71~77
H	1,11-ジアミ ノウンドカン	1	2-ブチル-2-ヘブ チルノナン酸	2	1.9	109~116
I	1,3-ジアミノ プロパン	1	2,4-ジメチル オクタデカン酸	2	3.2	89~93
J	1,10-ジアミ ノデカン	1	2-ブチル-2-ベン チルヘプタン酸	2	1.1	91~94

【0015】実施例1

試験管中にゲル化対象物として菜種油、ミネラルスピリット、トルエン、酢酸エチルおよびグリセリン2-エチルヘキサン酸トリエステルの各有機媒体をそれぞれ入れ、これに第1表記載の本発明のビスアמיד誘導体（試料記号A~J）を3重量%各々添加し、10分間、120℃のオイルバスで加熱後、20分間水で冷却し

30 た。このときの混合物の流動性の有無を試験管倒置法で判定した。なお同時に従来の固化剤およびゲル化剤を用いて同様の試験を行なった。得られた結果を第2表に示す。評価は3段階評価（○・・・流動性なし、△・・・僅かに流動性有り、×・・・流動性あり）で行なった。

【0016】

【表2】

第2表 ゲル化、固形化の評価

	試料記号または ゲル化剤	ゲル化対象物				
		菜種油	ミネラルスピリット	トルエン	酢酸エチル	TI O ^{*1}
実施例	A	○	○	○	○	○
	B	○	○	○	○	○
	C	○	○	○	○	○
	D	○	○	○	○	○
	E	○	○	○	○	○
	F	○	○	○	○	○
	G	○	○	○	○	○
	H	○	○	○	○	○
	I	○	○	○	○	○
	J	○	○	○	○	○
比較例	DBS ^{*2}	△	△	△	△	△
	カルナウバロウ	△	△	×	△	△
	12-ヒドロキシステアリン酸	△	△	△	△	△
	N,N'-エチレンビスステアリン酸アマイド	△	△	△	△	△

* 1 : グリセリン 2-エチルヘキサン酸トリエステル

〔日清製油（株）製〕

* 2 : ジベンジリデンソルビトール

【0017】実施例2 カーワックス

以下の処方で常法により固形カーワックスを調製した。

処方例

マイクロワックス (mp 155° F) 10部

本発明のビスアマイド誘導体 10部

ジメチルシリコーン (350cst / 25℃) 10部

ミネラルスピリット

70部

得られたカーワックスを用い、常法により自動車塗面に
 30 艶拭きし、艶拭き時の伸び、拭き取り性、耐候性、およ
 び10回水洗浄後の耐久性、透明性、防汚性を評価し
 た。その結果を第3表に示す。評価方法：○・・・良
 好、△・・・普通、×・・・不可。

【0018】

【表3】

第3表 カーワックスの評価

	No	配合した 試料記号 または市販品	艶拭き時		10回水洗後		耐候性	透明性
			伸 び	拭き取 り性	耐久性	防汚性		
本 発 明 品	1	A	○	○	○	○	○	○
	2	C	○	○	○	○	○	○
	3	G	○	○	○	○	○	○
	4	H	○	○	○	○	○	○
比 較 品	1	市販品 イ	○	○	×	×	△	△
	2	市販品 ロ	×	×	△	○	×	×

市販品イ：パラフィンワックス10%、マイクロクリスタリンワックス5%配合タイプ
市販品ロ：カルナウバワックス10%、パラフィンワックス5%配合タイプ
【0019】実施例3 ペースト状溶剤型フローアおよび家具用ワックス
以下の処方で、フローアおよび家具用ワックスを調製した。
本発明のビスアマイド誘導体 10部
セレシン 5部 *

20*パラフィンワックス (mp 145° F) 10部
ミネラルスピリット 75部
得られたワックスを用い、常法によりウレタン塗料で塗装した木材合板に艶拭きし、艶拭き時の伸び、拭き取り性、耐候性、透明性および10回洗剤洗浄後の耐久性、防汚性を評価した。その結果を第4表に示す。評価方法：実施例2（第3表）と同じ。
【0020】
【表4】

第4表 フローア・家具用ワックスの評価

	No	配合した 試料記号 または市販品	艶拭き時		10回洗剤洗浄後		耐候性	透明性
			伸 び	拭き取 り性	耐久性	防汚性		
本 発 明 品	1	B	○	○	○	○	○	○
	2	D	○	○	○	○	○	○
	3	J	○	○	○	○	○	○
比 較 品	1	市販品 ハ	△	△	△	△	×	△

市販品ハ：カルナウバロウ5%、パラフィンワックス20%配合タイプ
【0021】実施例4 靴クリーム
以下の処方で、靴クリームを調製した。

本発明のビスアマイド誘導体 7部
みつろう 15部
ミネラルスピリット 37部
トリエタノールアミン 3部

ステアリン酸
水

5部
33部

*果を第5表に示す。評価方法：実施例2（第3表）と同じ。

得られた靴クリームを用い、常法により牛皮製靴に対する艶拭き時の伸び、拭き取り性、耐候性、透明性および降雨時3回使用後の耐久性、防汚性を評価した。その結*

【0022】
【表5】

第5表 靴クリームの評価

	No	配合した 試料記号 または市販品	艶艶拭き時		降雨3回使用後		耐候性	透明性
			伸 び	拭き取 り性	耐久性	防汚性		
本 発 明 品	1	E	○	○	○	○	○	○
	2	I	○	○	○	○	○	○
比 較 品	1	市販品 二	△	×	×	△	×	×

市販品二：キャンデリラロウ5%、カルナウバロウ10%配合タイプ

【0023】実施例5 ヘアスティック

以下の処方ヘアスティックを調製した。適度の固さ、粘着性、感触のヘアスティックを得た。

本発明のビスアマイド誘導体（試料記号C）16部

みつろう 12部

ヒマシ油 72部

香料 適量

色素 適量

酸化防止剤 適量

【0024】実施例6 口紅

以下の処方口紅を調製した。密着性、光沢性、感触の良好な口紅が得られた。

ヒマシ油 45部

本発明のビスアマイド誘導体（試料記号F）13部

ヘキサデシルアルコール 25部

オゾケライト

ラノリン

酸化チタン

色素

香料、酸化防止剤、防腐剤

【0025】

【発明の効果】本発明のビスアマイド誘導体は、動植物油、エステル誘導体、エーテル誘導体、鉱物油、炭化水素類等の有機媒体に対して良好なゲル化能、固化能をもつ固化剤等となる。また、本発明のビスアマイド誘導体を含有してなる各種有機媒体の固化剤もしくはゲル化剤、または有機媒体と固化剤またはゲル化剤とを含む滑剤は、耐久性、耐候性、平滑性、透明性および防汚性に優れる。そのため、これらの固化剤、ゲル化剤または滑剤を用いて例えばカーワックス、フロアー・家具用ワックス、皮革用クリーナー、化粧料、廃油処理剤等として優れた性能を示す製品が得られる。

4部

5部

2部

6部

適量

30

フロントページの続き

(51)Int. Cl. 6

C10L 7/00

C11B 15/00

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

2115-4H